

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN(11)Publication number : **2000-302959**(43)Date of publication of application : **31.10.2000**

(51)Int.Cl.

C08L 69/00
C08K 3/22
C08K 5/13
C08K 5/523
G02B 1/04
G02B 5/08
// (C08L 69/00
C08L 83:05
C08L 51:00
C08L 27:18)

(21)Application number : **11-067416**(71)Applicant : **SUMITOMO DOW LTD**(22)Date of filing : **12.03.1999**(72)Inventor : **SATO ICHIRO**
NUKUI SHINJI
YOSHIDA YUTAKA

(30)Priority

Priority number : **11040973** Priority date : **19.02.1999** Priority country : **JP****(54) FLAME-RETARDANT POLYCARBONATE RESIN COMPOSITION WITH EXCELLENT LIGHT REFLECTIVITY AND LIGHT REFLECTIVE PLATE MADE THEREFROM**

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject composition suitable for light reflective plates having high light reflectivity and good mechanical properties, flame retardancy, moldability and appearance, and to obtain a light reflective plate by molding the above composition.

SOLUTION: This composition is characterized by comprising (A) 100 pts.wt. of a polycarbonate resin, (B) 5-25 pts.wt. of titanium oxide, (C) 0.01-3 pts.wt. of a polyorganohydrogensiloxane, (D) 0.5-10 pts.wt. of an epoxy-modified elastomer, (E) 1-20 pts.wt. of a flame retardant, and (F) 0.01-2 pts.wt. of an anti-dripping agent. This composition has high light reflectivity and flame retardancy, and excels in thermal stability in its molding, mechanical strength and appearance as well because the molecular weight drop of the polycarbonate resin is suppressed, therefore is suitable for light reflective plates particularly for liquid crystal displays.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] polycarbonate resin -- (-- A --) -- 100 -- a weight -- the section -- titanium oxide -- (-- B --) -- five -- -- 25 -- a weight -- the section -- polyorgano -- hydrogen -- a siloxane -- (-- C --) -- 0.01 -- -- three -- a weight -- the section -- epoxy -- denaturation -- an elastomer -- (-- D --) -- 0.5 -- -- ten -- a weight -- the section -- a flame retarder -- (-- E --) -- one -- -- 20

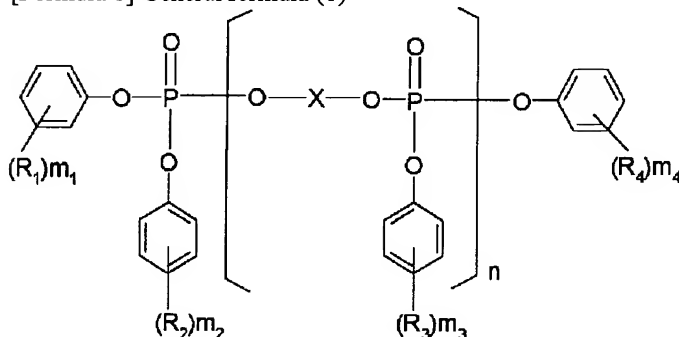
[Claim 2] The fire-resistant polycarbonate resin constituent with which an epoxy denaturation elastomer (D) has a 0.1-5-micrometer diameter of a primary particle, and the core section excelled [glycidyl methacrylate] in poly alkyl acrylate and the shell section at the light reflex nature according to claim 1 which is the acrylic rubber of the core/shell structure which is polymethylmethacrylate by which conversion was carried out partially.

[Claim 3] The fire-resistant polycarbonate resin constituent excellent in the light reflex nature according to claim 1 whose flame retarder (E) is the carbonate oligomer which makes tetrabromobisphenol A a subject.

[Claim 4] The fire-resistant polycarbonate resin constituent the dropping inhibitor (F) excelled [constituent] in 1 million or more molecular weight at the light reflex nature according to claim 1 which is the polytetrafluoroethylene of 100 micrometers or more of diameters of an aggregated particle.

[Claim 5] The fire-resistant polycarbonate resin constituent excellent in the light reflex nature according to claim 1 whose flame retarder (E) is the phosphorus system compound shown in the following general formula (1).

[Formula 1] General formula (1)



a resorcinol, bisphenol A, and a hydroquinone are expressed, and R1-R4, and m1-m4 are the alkyl group of carbon numbers 1-3, and the integer of 0-2, respectively, and the same the inside X of a formula, -- or you may differ and n expresses the integer of 1-5

[Claim 6] The fire-resistant polycarbonate resin constituent excellent in the light reflex nature according to claim 5 whose X in the general formula (1) of a flame retarder (E) is a resorcinol.

[Claim 7] The light reflex board which it comes to fabricate from the fire-resistant polycarbonate resin constituent excellent in light reflex nature given in any of a claim 1 - a claim 6 they are.

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] this invention relates to the light reflex board which it comes to fabricate from the fire-resistant polycarbonate resin constituent excellent in the light reflex nature with which titanium oxide, the polyorgano hydrogen siloxane, the epoxy denaturation elastomer, the flame retarder, and the dropping inhibitor were blended, and this constituent. The resin constituent concerning this invention is suitable for reflecting plates, such as a liquid crystal display, from excelling in light reflex nature and excelling also in the thermal stability at the time of fabrication, a mechanical strength, fire retardancy, and appearance further.

[0002]

[Description of the Prior Art] Conventionally, titanium oxide is blended with polycarbonate resin, white degree is raised, and the method of giving optical concealment nature and raising light reflex nature is examined. However, when the loadings of titanium oxide increased, there was a trouble of inducing decomposition of polycarbonate resin under a heating-at-high-temperature condition, by the chemical active spots, such as water of crystallization which exists in the front face. consequently, yellowing of polycarbonate resin -- the rise of a degree and the fall of molecular weight occurred and performances, such as not only light reflex performance degradation but a mechanical strength and fire retardancy, and the problem that the moldability of a resin constituent was also spoiled further arose An appearance of the light reflex board with which it is satisfied of the performance demanded in the commercial scene enough from such a background was desired.

[0003] How to blend a polyorgano hydrogen siloxane as a method of solving the above-mentioned trouble, in case titanium oxide is blended with polycarbonate resin (JP,63-26140,B), Surface treatment of the method (JP,4-202476,A) of blending with polycarbonate resin the titanium oxide by which surface treatment was carried out by the specific polyorganosiloxane, the method (JP,7-258554,A) of blending with polycarbonate resin the specific titanium oxide by which surface treatment was carried out by the polyorgano hydrogen siloxane, and the titanium oxide is carried out to alkyl alkoxysilane and/or an amino ** silane coupling agent by the polyorgano hydrogen siloxane, and the method (JP,9-12853,A) of blending with polycarbonate resin with a specific elastomer etc. is proposed.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, although a certain grade suppresses decomposition of polycarbonate resin as for any method, the improvement of a light reflex property, a mechanical characteristic, fire retardancy, etc. has come to fill completely the commercial-scene needs as a light reflex board rather than is necessarily enough. The purpose of this invention is to offer the light reflex board which it comes to fabricate from the suitable polycarbonate resin constituent for the light reflex board possessing a high light reflex property, a mechanical characteristic and fire retardancy, and good moldability and appearance, and the constituent concerned.

[0005]

[Means for Solving the Problem] As a result of inquiring wholeheartedly that the above-mentioned purpose should be attained, this invention persons find out that the above-mentioned purpose is attained by polycarbonate resin by carrying out the amount combination of specification of titanium oxide, a polyorgano hydrogen siloxane, an elastomer, a flame retarder, and the dropping inhibitor, and came to complete this invention.

[0006] namely, this invention -- the polycarbonate resin (A) 100 weight section and titanium oxide (B) 5-25 -- a weight -- the section -- the polyorgano hydrogen siloxane (C) 0.01 - 3 weight sections, and epoxy denaturation (elastomer D) 0.5-10 -- a weight -- the section -- a flame retarder -- (-- E --) -- one -- -- 20 -- a weight -- the section -- and -- dropping -- an inhibitor -- (-- F --) -- 0.01 -- -- two -- a weight -- the section -- from -- a bird clapper -- the feature -- ** -- carrying out -- a light reflex -- a sex -- having excelled -- fire retardancy -- polycarbonate resin -- a constituent -- and -- this -- a resin -- a constituent -- fabricating -- having -- becoming -- a light reflex -- a board -- providing -- a thing

[0007] The polycarbonate resin (A) used for this invention is a polymer obtained by the ester-interchange method to which the phosgene method to which various dihydroxy diaryl compounds and phosgenes are made to react or a dihydroxy diaryl compound, and carbonates, such as diphenyl carbonate, are made to react, and the polycarbonate resin manufactured from 2 and 2-screw (4-hydroxyphenyl) propane (bisphenol A) is mentioned as a typical thing.

[0008] As the above-mentioned dihydroxy diaryl compound Besides bisphenol A, screw (4-hydroxyphenyl) methane, 1 and 1-screw (4-hydroxyphenyl) ethane, 2, and 2-screw (4-hydroxyphenyl) butane, 2 and 2-screw (4-hydroxyphenyl) octane, a screw

(4-hydroxyphenyl) phenylmethane, 2 and 2-screw (4-hydroxyphenyl-3-methylphenyl) propane, 1 and 1-screw (the 4-hydroxy-3-third butylphenyl) propane, 2 and 2-screw (4-hydroxy-3-BUOMO phenyl) propane, 2, and 2-screw (4-hydroxy-3, 5-dibromo phenyl) propane, The screw (hydroxy aryl) alkanes like 2 and 2-screw (4-hydroxy-3, 5-dichlorophenyl) propane The screw (hydroxy aryl) cycloalkanes like 1 and 1-screw (4-hydroxyphenyl) cyclopentane, 1, and 1-screw (4-hydroxyphenyl) cyclohexane 4 and 4'-dihydroxy diphenyl-ether, 4, and 4'-dihydroxy -3, dihydroxy diaryl ether like a 3'-dimethyl diphenyl ether, The dihydroxy diaryl sulfides like a 4 and 4'-dihydroxydiphenyl sulfide 4 and 4'-dihydroxydiphenyl sulfoxide, 4, and 4'-dihydroxy -3 and the dihydroxy diaryl sulfoxides like a 3'-dimethyl diphenyl sulfoxide The dihydroxy diaryl sulfones like 4 and 4'-dihydroxy diphenylsulfone, 4, and 4'-dihydroxy -3 and 3'-dimethyl diphenylsulfone are mentioned.

[0009] these are independent -- or it is used by two or more kinds, mixing You may use piperazine, JIPIPERIJIRU hydroquinone, resorcinol, 4, and 4'-dihydroxydiphenyl etc., mixing other than these.

[0010] Furthermore, you may carry out mixed use of the phenolic compound more than trivalent, as indicated below to be the above-mentioned dihydroxy aryl compound.

[0011] As a phenol more than trivalent, it is phloroglucine, 4, and 6-dimethyl - 2, 4, a 6-tree (4-hydroxyphenyl)-heptene, 2, 4, 6-dimethyl - 2, 4, a 6-tree (4-hydroxyphenyl)-heptane, A 1, 3, 5-tree (4-hydroxyphenyl)-benzole, 1 and 1, 1-tree (4-hydroxyphenyl)-ethane and 2, and 2-screw-[4 and 4-(4 and 4'-dihydroxydiphenyl)-cyclohexyl]-propane etc. is mentioned.

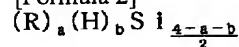
[0012] the viscosity average molecular weight of polycarbonate resin (A) -- usually -- 10000-100000 -- it is 15000 to 35000 or less preferably It faces manufacturing this polycarbonate resin (A), and a molecular weight modifier, a catalyst, etc. can be used if needed.

[0013] Although the titanium oxide (B) used in this invention is not limited by the manufacture method, the crystal structure, or the particle diameter, it is titanium oxide manufactured by the chlorine method, and what takes a rutile type crystalline form is desirable. Furthermore, what is coated with the coupling agent of inorganic systems, such as an alumina and/or a silica, is used suitably. Although the particle diameter of the titanium oxide generally used as a pigment is 0.1-0.5 micrometers, a particle diameter may use a less than 0.1-micrometer thing.

[0014] The compound which methyl hydrogen polysiloxane, methyl hydrogen poly cyclosiloxane, etc. were mentioned, and was especially chosen from the composition unit of following general formula (2) - (4) as a polyorgano hydrogen siloxane (C) used for this invention is desirable.

[0015] General formula (2)

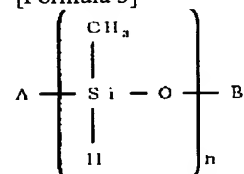
[Formula 2]



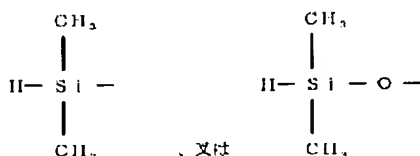
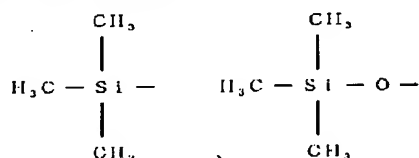
(The monovalent hydrocarbon group in which R does not include an aliphatic unsaturation, and a are [0.1-1.0, and (a+b of 1.00-2.10b)] 2.00-2.67 among a formula.)

[0016] General formula (3)

[Formula 3]



(式中、AおよびBは例々に

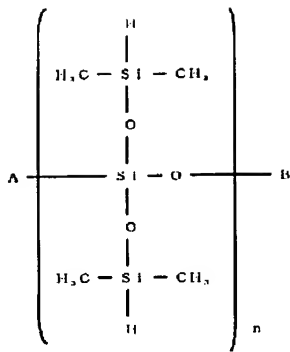


、又は

から選ばれ、nは1～500の整数である。)

[0017] General formula (4)

[Formula 4]



(式中、A、Bおよびnは、一般式(3)に示すものと同である。)

[0018] When polyorgano hydrogen siloxanes other than these are used, the molecular weight fall of polycarbonate resin and the rise of the degree of yellow may be seen at the time of melting kneading under an elevated temperature, or generating of a lot of gas, the silver streak to mold goods, etc. may occur at the time of a fabricating operation.

[0019] The aforementioned titanium oxide (B) and a polyorgano hydrogen siloxane (C) can also be blended with direct polycarbonate resin (A) in the state as it is. Moreover, before blending with polycarbonate resin (A'), surface treatment of the titanium oxide (B) may once be carried out by the polyorgano hydrogen siloxane (C), and this may be blended with polycarbonate resin (A).

[0020] as the method of the aforementioned surface treatment -- wet and dry type -- you may use which method As a wet method, titanium oxide (B) is added to the mixed solution of a polyorgano hydrogen siloxane (C) and a low boiling point solvent, and the method of performing deliquoring processing etc. is mentioned after stirring this. Then, you may heat-treat at the temperature of further 120-200 degrees C. As a dry process, the method of carrying out mixed stirring processing of a polyorgano hydrogen siloxane (C) and the titanium oxide (B) with mixed equipments, such as a super mixer, a Henschel mixer, and a V type tumbler, etc. is mentioned. In this case, you may heat-treat on 120-200-degree C temperature conditions.

[0021] As an epoxy denaturation elastomer (D) used in this invention, the acrylic rubber by which epoxy denaturation was carried out is mentioned. Especially, it has a 0.1-5-micrometer diameter of a primary particle, and the acrylic rubber of the core/shell structure whose core sections are poly alkyl acrylate and polymethylmethacrylate by which conversion was carried out partially the shell section] at glycidyl methacrylate is used suitably. In this invention, it is not made to remain for the shock performance of an epoxy denaturation elastomer (D) of a resin constituent to improve, and also has the effect of suppressing the rise of melting kneading under an elevated temperature, and the degree of yellow of the polycarbonate resin at the time of a fabricating operation (A), and making a light reflex performance improving.

[0022] As a flame retarder (E) used in this invention, an organic halogen system flame retarder, a sulfonic-acid metal salt compound, a silicone system flame retarder, the Lynn system flame retarder, etc. are mentioned, for example. The condensed type phosphoric-ester system flame retarder which especially uses the organic halogen system flame retarder whose polymerization degree which makes tetrabromobisphenol A a subject is the carbonate oligomer of 2-25, and a resorcinol is used suitably.

[0023] As a dropping inhibitor (F) used in this invention, what forms fibril-like structure in polycarbonate resin (A) is good, for example, a polytetrafluoroethylene, tetrafluoroethylene system copolymers (for example, a tetrafluoroethylene / hexafluoropropylene copolymer), partial fluorine-ized polymer as shown in U.S. Pat. No. 4379910, the polycarbonate manufactured from a fluorine-ized diphenol are mentioned. The polytetrafluoroethylene which has the fibril organization potency of 100 micrometers or more of diameters of an aggregated particle with 1 million or more molecular weight is especially used suitably.

[0024] The polycarbonate resin constituent of this invention Polycarbonate resin (A), Titanium oxide (B), a polyorgano hydrogen siloxane (C), an epoxy denaturation elastomer (D), a flame retarder -- (E) -- and -- dropping -- an inhibitor -- (F) -- from -- constituting -- having -- composition -- a ratio -- (A) -- 100 -- a weight -- the section -- per -- (B) -- five -- 25 -- a weight -- the section -- (C) -- 0.01 -- three -- a weight -- the section -- (D) -- 0.5 -- ten -- a weight --

[0025] The loadings of the amount of transmitted lights of titanium oxide (B) increase under in 5 weight sections, and a high light reflex performance is not obtained. Moreover, it becomes [if 25 weight sections are exceeded, the molecular weight fall of polycarbonate resin (A) and the fall of an impact strength will be seen, or] easy to generate gas burning and a silver streak at mold goods and is not desirable. It is the range of 9 - 16 weight section more preferably.

[0026] Since the rise of the degree of yellow according to the molecular weight fall of polycarbonate resin (A) the time of melting kneading of the resin constituent in an elevated temperature since it becomes inadequate [under the 0.01 weight section] inactivating [of the active spot on the front face of titanium oxide (B)] the loadings of a polyorgano hydrogen siloxane (C) takes place, light reflex performance degradation and the fall of the impact strength of a resin constituent are caused from things or fault, -- a silver streak is seen to mold goods -- occurs, it is not desirable. Moreover, since a non-melt occurs, the fall of an impact strength will be seen, the molecular weight fall of polycarbonate resin (A) will become large or fault, like the amount of generation of gas at the time of fabrication increases will occur in order that a melting resin may slip a screw top at the time of melting kneading of a resin constituent if the loadings of a polyorgano hydrogen siloxane (C) exceed 3 weight sections, it is not desirable. It is the range of 0.03 - 2 weight section more suitably.

[0027] Improvement in a shock performance is not found, but under the 0.5 weight section of the improvement effect of a light reflex performance is [the loadings of an epoxy denaturation elastomer (D)] also inadequate, and they are not desirable. Moreover, if 10 weight sections are exceeded, it becomes impossible for the rigidity of mold goods to fall or to attain V-0 of UL94 also about fire retardancy, and is not suitable as a material of a light reflex board. It is the range of 2 - 6 weight section more suitably.

[0028] In under 1 weight section, fire-resistant improving becomes inadequate, it becomes difficult to attain V-0 of UL94 demanded of the light reflex board, and a flame retarder (E) is not desirable. Moreover, if 20 weight sections are exceeded, the fall of the impact strength of a resin constituent becomes remarkable and is not desirable. It is the range of 5 - 15 weight section more suitably.

[0029] With the fire-resistant level of a target resin constituent, loadings differ, and loadings follow a dropping inhibitor (F) on increasing, and fire-resistant level's improves. In under the 0.01 weight section, since it becomes difficult for dripping to occur at the time of combustion since dropping prevention ability is small, and to attain V-0 of UL94, loadings are not desirable. Moreover, if 2 weight sections are exceeded, since it does not accept, but aggravation of the appearance of mold goods and generating of a silver streak come to be seen conversely and the shock performance of a resin constituent also falls, the remarkable improvement effect of fire-resistant level is not desirable. It is the range of 0.1 - 1 weight section more suitably.

[0030] Especially a limit does not have mixed sequence in the mixed method row of each component of above-mentioned (A) - (F), it mixes in a mixed method in it by the well-known mixer, for example, a tumbler, the ribbon blender, the high speed mixer, etc., and after mixing only package simultaneous mixture of each above-mentioned component, or a specific component as mixed sequence in the method and the row which carries out melting kneading by one shaft or the twin screw extruder and which pelletizes, the method of carrying out addition mixture in the component which At this time, you may carry out injection addition of a part of titanium oxide (B) and other components from the feed mouth in the middle of an extruder. Moreover, beforehand, the remaining components may be added and a part of component may be pelletized, after carrying out melting kneading, mixture and.

[0031] Furthermore, you may blend reinforcements, such as the thermostabilizer of a well-known additive, for example, a release agent, an ultraviolet ray absorbent, a stain pigment, a fluorescent brightener, an organic-metal salt, a phosphite system, and a phosphoric-ester system, the antioxidant of a HINDA phenol system, an antistatic agent, a glass fiber, a glass powder, glass flakes, whiskers (a potassium-titanate whisker, boric-acid aluminum whisker, etc.), and a carbon fiber, if needed at the time of mixture.

[0032]

[Example] Although an example explains this invention concretely below, this invention is not restricted to these examples. In addition, the "section" is based on weight criteria.

[0033] (Examples 1-9 and examples 1-13 of comparison)

- After mixing with a tumbler based on the rate of a compounding ratio which shows each combination component of the manufacture polycarbonate resin of a resin constituent pellet, titanium oxide, a polyorgano hydrogen siloxane, an epoxy denaturation elastomer, a flame retarder, and a dropping inhibitor in Table 1 - 4, it kneaded in this direction twin-screw-extruder of the melting temperature of 250 degrees C, and 37mm of diameters of a screw] (KTX[by Kobe steel, Ltd.]- 37), and various pellets were obtained.

[0034] The detail of the used various combination components is as follows.

- Polycarbonate resin of the viscosity average molecular weight 20500 compounded from polycarbonate resin bisphenol A and the phosgene (caliber 200-13 by the Sumitomo Dow-Jones company)

Melt flow rate = 13g / 10 minutes (based on 300 degrees C, 1.2kg, and ASTM-D1238)

- The rutile type titanium dioxide manufactured by the titanium oxide chlorine method (RTC[by the tie oxide company]- 30, particle size : 0.2-0.3 micrometers)

- KF99 (viscosity : 20 cSt, 25 degrees C) by polyorgano hydrogen siloxane Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., or Dow Corning Toray Silicone SH1107 (30cSt, 25 degrees C)

- Palaloid EXL2314 (epoxy denaturation, a core / shell-mold acrylic rubber) by epoxy denaturation elastomer Kureha Chemical Industry Co., Ltd.

- The core / shell-mold acrylic rubber by which epoxy denaturation is not carried out were used for acrylic elastomer comparison. (Palaloid EXL2313 by Kureha Chemical Industry Co., Ltd.)

- Carbonate oligomer which makes flame-retarder tetrabromobisphenol A a subject (BC52 made from great REKUSU) Condensed type phosphoric ester (the ADEKA stub FP 500:1 by Asahi Denka Kogyo K.K., 3-phenylene screw (dixylenyl phosphate))

- Dropping inhibitor polytetrafluoroethylene (Fluon CD 076 by the Asahi glass company) (Molecular weight : 4 million, the diameter of an aggregated particle : 475 micrometers)

[0035] - test-method profit **** various pellets were used, with the 100t injection molding machine (J100 E-C5) by the Japanese-made steel company, with the melting temperature of 300 degrees C, the various test pieces described below were created and each examination was presented

[0036] - The three-step with light reflex nature length [of 90mm] and a width of face of 40mm plate (thickness 3, 2 or 1mm)-like test piece was created, and Y value in the wavelength per portion with a thickness of 1mm of 400-800nm was measured with the spectrophotometer (Murakami color technical research center CMS-35SP). That from which Y value becomes

92% or more was considered as success.

[0037] - According to the UL94 vertical-firing examining method which inflammable U.S. Underwriters Laboratories (UL) defines, the combustion test was performed using the test piece with a length of 127mm, a width of face [of 12.7mm], and a thickness of 1.6mm. That from which fire-resistant level is set to V-0 of UL94 was considered as success.

[0038] - Shock resistance ASTM Based on D-256, Izod impactive strength with a notch was measured in the room temperature. The thickness of a test piece is 3.2mm. The numeric value considered 35 or more kg-cm/cm as success.

[0039] - Flexural rigidity ASTM Based on D-792, flexural rigidity was measured at the room temperature using hauling and the bending tester (UCTmade from A&D- 1 T). The thickness of a test piece is 6.4mm. The numeric value considered two or more 22000 kg/cm as success.

[0040] - The three-step with appearance length [of a test piece / of 90mm] and a width of face of 40mm plate (thickness 3, 2 or 1mm)-like test piece was created, the front face was observed by viewing, and existence, such as a silver streak and gas burning, was investigated. (O: -- nothing and x:owner ** are expressed)

[0041] - a melt-flow-rate profit **** pellet -- using -- ASTM Based on D-1238, the melt flow rate (300 degrees C and 1.2kg) was measured using the product made from an Oriental energy machine (semi auto melt indexer). (Unit : g / 10 minutes) Polycarbonate resin has caused decomposition and the fall of the molecular weight expresses the large thing, so that a numeric value is large. 20g / 10 minutes or less were considered as success.

[0042] The result of each examination item was summarized in Table 1 - 4.

[0043]

[Table 1] Composition and the evaluation result of a resin constituent.

組成比 (部)	実 施 例						
	1	2	3	4	5	6	7
ポリカーボネート樹脂	100	100	100	100	100	100	100
酸化チタン	10	22	10	10	10	10	10
ポリオルガノシロキサン*1	0.05	0.05	2	0.05	0.05	0.05	--
ポリオルガノシロキサン*2	--	--	--	--	--	--	0.05
エポキシ変性エラストマー	2	2	2	8	2	2	2
難燃剤*3	3	3	3	3	17	3	3
滴下防止剤	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	1.7	0.2
評価項目と結果	光反射性 (Y値)	93	95	94	94	93	93
	耐衝撃性 Kg cm/cm	50	40	50	57	45	50
	曲げ剛性 Kg/cm2	25000	28500	25300	22000	25300	25000
	メルトフローレート g/10分	9.8	16	9.4	8.7	9.8	9.6
	難燃性 UL 94	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0
	外観	○	○	○	○	○	○

Polyorgano hydrogen siloxane *1: KF99 (viscosity : 20 cSt, 25 degrees C) by Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.

Polyorgano hydrogen siloxane *2: Dow Corning Toray Silicone SH1107 (viscosity : 30 cSt, 25 degrees C)

Flame-retarder *3: Carbonate oligomer which makes tetrabromobisphenol A a subject (BC52 made from great REKUSU)

[0044] That (examples 1-9) with which the loadings of each combination component are satisfied of the range of default value showed fire retardancy with V-0 (UL94) high grade while showing the outstanding light reflex nature, shock resistance, flexural rigidity, and appearance as shown in Table 1 and 4. Moreover, the rise of a melt flow rate, i.e., the molecular weight fall of polycarbonate resin, is suppressed.

[0045]

[Table 2] Composition and the evaluation result of a resin constituent.

組成比 (部)		比較例						
		1	2	3	4	5	6	7
ポリカーボネート樹脂		100	100	100	100	100	100	100
酸化チタン		30	3	10	10	10	10	10
ポリオルガノ水素シリロキサン*1		0.05	0.05	5	0.005	0.05	0.05	0.05
エポキシ変性エラストマー		2	2	2	2	0.3	13	---
アクリルエラストマー		---	---	---	---	---	---	2
難燃剤*3		3	3	3	3	3	3	3
滴下防止剤		0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
評価項目と結果	光反射性 (Y値)	95	83	90	87	90	93	89
	耐衝撃性 Kg cm/cm	12	62	20	50	13	55	50
	曲げ剛性 Kg/cm ²	27000	24000	25500	25000	25500	18000	25000
	メルト・フロー・レイト g/10分	60	9.1	40	35	9.7	9.3	9.8
	難燃性 UL94	V-2	V-0	V-2	V-2	V-0	V-2	V-0
	外観	×	○	×	×	○	○	○

Polyorgano hydrogen siloxane *1: KF99 (viscosity : 20 cSt, 25 degrees C) by Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.

Flame-retarder *3: Carbonate oligomer which makes tetrabromobisphenol A a subject (BC52 made from great REKUSU)

[0046]

組成比 (部)		比較例			
		8	9	10	11
ポリカーボネート樹脂		100	100	100	100
酸化チタン		10	10	10	10
ポリオルガノ水素シリロキサン*1		0.05	0.05	0.05	0.05
エポキシ変性エラストマー		2	2	2	2
難燃剤*3		0.5	25	3	3
滴下防止剤		0.2	0.2	0.005	5
評価項目と結果	光反射性 (Y値)	93	93	93	93
	耐衝撃性 Kg・cm/cm	52	15	51	15
	曲げ剛性 Kg/cm ²	25000	25500	25000	25000
	メルト・フロー・レイト g/10分	9.5	9.9	9.6	9.5
	難燃性 UL94	V-2	V-0	V-2	V-0
	外観	○	○	○	×

[Table 3] Composition and the evaluation result of a resin constituent.

Polyorgano hydrogen siloxane *1: KF99 (viscosity : 20 cSt, 25 degrees C) by Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.

Flame-retarder *3: Carbonate oligomer which makes tetrabromobisphenol A a subject (BC52 made from great REKUSU)
[0047]

組成比 (部)		実 施 例		比 較 例	
		8	9	1 2	1 3
ポリカーボネート樹脂		100	100	100	100
酸化チタン		10	10	10	10
ポリオルガノ水素シロキサン*1		0.05	0.05	0.05	0.05
エポキシ変性エラストマー		2	2	2	2
難燃剤*4		3	17	0.5	25
落下防止剤		0.2	0.2	0.2	0.2
評価項目と結果	光反射性 (Y 値)	92.9	92.9	92.8	92.8
	耐衝撃性 Kg・cm/cm	48	43	49	12
	曲げ剛性 Kg/cm ²	25500	25800	25300	25700
	メルト・フロー・レート g/10 分	12	22	10	31
	難燃性 UL 9 4	V-0	V-0	V-2	V-0
	外観	○	○	○	○

[Table 4] Composition and the evaluation result of a resin constituent.

Polyorgano hydrogen siloxane *1: KF99 (viscosity : 20 cSt, 25 degrees C) by Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.

Flame-retarder *4: Condensed type phosphoric ester (the ADEKA stub FP 500:1 by Asahi Denka Kogyo K.K., 3-phenylene screw (dixylenyl phosphate))

[0048] As shown in Tables 2-4, what does not satisfy the default value range of the loadings of the indispensable component of this invention and each combination component (examples 1-13 of comparison) has the fault, respectively. Specifically, when the loadings of - titanium oxide:titanium oxide exceed default value (example 1 of comparison), although light reflex nature is excellent, the rise of a melt flow rate, i.e., the molecular weight fall of polycarbonate resin, takes place, and shock resistance, appearance, and fire retardancy fall. On the other hand, when there are few loadings of titanium oxide than default value (example 2 of comparison), light reflex nature is inferior.

[0049] - Polyorgano hydrogen siloxane : when the loadings of a polyorgano hydrogen siloxane exceed default value (example 3 of comparison), while the rise of a melt flow rate, i.e., the molecular weight fall of polycarbonate resin, takes place and shock resistance, appearance, and fire retardancy fall, light reflex nature also falls. on the other hand, shock resistance is good when there are few loadings of a polyorgano hydrogen siloxane than default value (example 4 of comparison) -- also becoming -- other physical properties (light reflex nature, appearance, a fire-resistant fall, rise of a melt flow rate) fall

[0050] - Epoxy denaturation elastomer : when the loadings of an epoxy denaturation elastomer exceed default value (example 6 of comparison), flexural rigidity and fire retardancy fall. On the other hand, when there are few loadings of an epoxy denaturation elastomer than default value (example 5 of comparison), light reflex nature and shock resistance fall. when it replaced with an epoxy denaturation elastomer (example 1) and the acrylic rubber by which epoxy denaturation is not carried out was blended (example 7 of comparison), the fall of light reflex nature saw, and was stopped and it had not resulted by the level with which practical use is presented

[0051] - Flame retarder : when there were few loadings of a flame retarder than default value (examples 8 and 12 of comparison), the fire-resistant fall was accepted. On the other hand, when there were more loadings of a flame retarder than default value (examples 9 and 13 of comparison), the shock-proof fall was accepted.

[0052] - Dropping inhibitor : when there were few loadings of a dropping inhibitor than default value (example 10 of comparison), the fire-resistant fall was accepted. On the other hand, when there were more loadings of a dropping inhibitor than default value (example 11 of comparison), the fall of shock resistance and appearance was accepted.

[0053]

[Effect of the Invention] Since it excels in light reflex nature and fire retardancy and the molecular weight fall of polycarbonate resin is suppressed further, the polycarbonate resin constituent concerning this invention is suitable for reflecting plates, such as a liquid crystal display, from excelling also in the thermal stability at the time of fabrication, a mechanical strength, and appearance.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-302959

(P2000-302959A)

(43) 公開日 平成12年10月31日 (2000. 10. 31)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード (参考)
C 0 8 L 69/00		C 0 8 L 69/00	2 H 0 4 2
C 0 8 K 3/22		C 0 8 K 3/22	4 J 0 0 2
5/13		5/13	
5/523		5/523	
G 0 2 B 1/04		G 0 2 B 1/04	

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平11-67416	(71) 出願人	396001175 住友ダウ株式会社 東京都中央区日本橋二丁目15番3号
(22) 出願日	平成11年3月12日 (1999. 3. 12)	(72) 発明者	佐藤 一郎 大阪府高槻市塚原二丁目10番1号 住友ダウ株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願平11-40973	(72) 発明者	温井 紳二 大阪府高槻市塚原二丁目10番1号 住友ダウ株式会社内
(32) 優先日	平成11年2月19日 (1999. 2. 19)	(72) 発明者	吉田 豊 大阪府高槻市塚原二丁目10番1号 住友ダウ株式会社内
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光反射性に優れた難燃性ポリカーボネート樹脂組成物およびそれからなる光反射板

(57) 【要約】

【構成】ポリカーボネート樹脂 (A) 100重量部、酸化チタン (B) 5~25重量部、ポリオルガノ水素シロキサン (C) 0.01~3重量部、エポキシ変性エラストマー (D) 0.5~10重量部、難燃剤 (E) 1~20重量部および滴下防止剤 (F) 0.01~2重量部からなることを特徴とする光反射性に優れた難燃性ポリカーボネート樹脂組成物。

【効果】本発明に係わるポリカーボネート樹脂組成物は、光反射性および難燃性に優れ、さらには、ポリカーボネート樹脂の分子量低下が抑制されるために成形時の熱安定性、機械的強度、外観にも優れていることから、特に液晶ディスプレイ等の反射板に好適である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】ポリカーボネート樹脂(A)100重量部、酸化チタン(B)5~25重量部、ポリオルガノ水素シロキサン(C)0.01~3重量部、エポキシ変性エラストマー(D)0.5~10重量部、難燃剤(E)1~20重量部および滴下防止剤(F)0.01~2重量部からなることを特徴とする光反射性に優れた難燃性ポリカーボネート樹脂組成物。

【請求項2】エポキシ変性エラストマー(D)が、0.1~5 μ mの一次粒子径を有し、かつコア部がポリアルキルアクリレート、シェル部がグリシジルメタアクリレートで部分的に変成されたポリメチルメタアクリレートであるコア/シェル構造のアクリルゴムである請求項1記載の光反射性に優れた難燃性ポリカーボネート樹脂組成物。

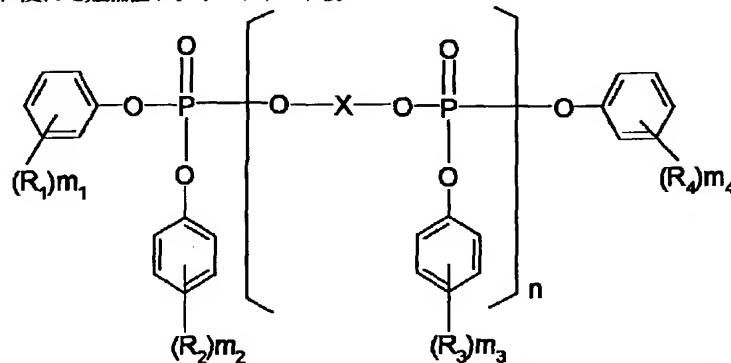
* 脂組成物。

【請求項3】難燃剤(E)が、テトラブロモビスフェノールAを主体とするカーボネートオリゴマーである請求項1記載の光反射性に優れた難燃性ポリカーボネート樹脂組成物。

【請求項4】滴下防止剤(F)が、分子量100000以上で二次粒子径100 μ m以上のポリテトラフルオロエチレンである請求項1記載の光反射性に優れた難燃性ポリカーボネート樹脂組成物。

【請求項5】難燃剤(E)が、下記一般式(1)に示す燐系化合物である請求項1記載の光反射性に優れた難燃性ポリカーボネート樹脂組成物。

【化1】一般式(1)



式中Xは、レゾルシノール、ビスフェノールA、ヒドロキノンを表し、R₁~R₄およびm₁~m₄はそれぞれ炭素数1~3のアルキル基および0~2の整数であり、同一あるいは異なっていてもよく、nは1~5の整数を表す。

【請求項6】難燃剤(E)の一般式(1)におけるXがレゾルシノールである請求項5記載の光反射性に優れた難燃性ポリカーボネート樹脂組成物。

【請求項7】請求項1~請求項6の何れかに記載の光反射性に優れた難燃性ポリカーボネート樹脂組成物より成形してなる光反射板。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、酸化チタン、ポリオルガノ水素シロキサン、エポキシ変性エラストマー、難燃剤および滴下防止剤が配合された光反射性に優れた難燃性ポリカーボネート樹脂組成物、および該組成物より成形されてなる光反射板に関する。本発明に係わる樹脂組成物は、光反射性に優れ、さらには、成形時の熱安定性、機械的強度、難燃性、外観にも優れていることから、特に液晶ディスプレイ等の反射板に好適である。

【0002】

【従来の技術】従来、ポリカーボネート樹脂に酸化チタンを配合して、白度を向上させ、光隠蔽性を付与して光反射性を高める方法が検討されている。しかし、酸化チ

※タンの配合量が多くなると、その表面に存在する結晶水等の化学的活性点により、高温加熱条件下においてポリカーボネート樹脂の分解を誘発するという問題点があった。その結果、ポリカーボネート樹脂の黄変度の上昇や分子量の低下が発生し、光反射性能の低下のみならず、機械的強度や難燃性等の性能、さらには樹脂組成物の成形性も損なわれるという問題が生じた。このような背景から、市場にて要求されている性能を十分満足する光反射板の出現が望まれていた。

【0003】上記問題点を解決する方法として、ポリカーボネート樹脂に酸化チタンを配合する際、ポリオルガノ水素シロキサンを配合する方法(特公昭63-26140号公報)、特定のポリオルガノシロキサンで表面処理された酸化チタンをポリカーボネート樹脂に配合する方法(特開平4-202476号公報)、ポリオルガノ水素シロキサンで表面処理された特定の酸化チタンをポリカーボネート樹脂に配合する方法(特開平7-258554号公報)、酸化チタンをアルキルアルコキシシランおよび/またはアミノ系シランカップリング剤とポリオルガノ水素シロキサンで表面処理し、特定のエラストマーとともにポリカーボネート樹脂に配合する方法(特開平9-12853号公報)等が提案されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、いずれの方法もポリカーボネート樹脂の分解をある程度は抑制するも

の、光反射特性、機械特性、難燃性等の改善は必ずしも十分ではなく、光反射板としての市場ニーズを完全に満たすには至っていなかった。本発明の目的は、高い光反射特性、機械特性および難燃性、良好な成形性・外観を具備した光反射板に好適なポリカーボネート樹脂組成物および当該組成物より成形されてなる光反射板を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記目的を達成すべく鋭意検討を行った結果、ポリカーボネート樹脂に酸化チタン、ポリオルガノ水素シロキサン、エラストマー、難燃剤および滴下防止剤を特定量配合することにより、上記の目的が達成されることを見出し、本発明を完成させるに至った。

【0006】すなわち、本発明は、ポリカーボネート樹脂(A)100重量部、酸化チタン(B)5~25重量部、ポリオルガノ水素シロキサン(C)0.01~3重量部、エポキシ変性エラストマー(D)0.5~10重量部、難燃剤(E)1~20重量部および滴下防止剤(F)0.01~2重量部からなることを特徴とする光反射性に優れた難燃性ポリカーボネート樹脂組成物、および該樹脂組成物より成形されてなる光反射板を提供するものである。

【0007】本発明に使用されるポリカーボネート樹脂(A)とは、種々のジヒドロキシジアルキル化合物とホスゲンとを反応させるホスゲン法、またはジヒドロキシジアルキル化合物とジフェニルカーボネートなどの炭酸エステルとを反応させるエステル交換法によって得られる重合体であり、代表的なものとしては、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン(ビスフェノールA)から製造されたポリカーボネート樹脂が挙げられる。

【0008】上記ジヒドロキシジアルキル化合物としては、ビスフェノールAの他に、ビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ブタン、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)オクタン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)フェニルメタン、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル-3-メチルフェニル)プロパン、1,1-ビス(4-ヒドロキシ-3-第三ブチルフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3-プロモフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジプロモフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジクロロフェニル)プロパンのようなビス(ヒドロキシジアルキル)アルカン類、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロペンタン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサンのようなビス(ヒドロキシジアルキル)シクロアルカン類、4,4'-ジヒドロキシジフェニルエーテル、4,4'-ジヒドロキシ

3,3'-ジメチルジフェニルエーテルのようなジヒドロキシジアルキルエーテル類、4,4'-ジヒドロキシジフェニルスルフィドのようなジヒドロキシジアルキルスルフィド類、4,4'-ジヒドロキシジフェニルホキシド、4,4'-ジヒドロキシ-3,3'-ジメチルジフェニルホキシドのようなジヒドロキシジアルキルホキシド類、4,4'-ジヒドロキシジフェニルホルン、4,4'-ジヒドロキシ-3,3'-ジメチルジフェニルホルンのようなジヒドロキシジアルキルホルン類等が挙げられる。

【0009】これらは、単独または2種類以上混合して使用される。これらの他に、ピペラジン、ジピペリルハイドロキノン、レゾルシン、4,4'-ジヒドロキシジフェニル等を混合して使用してもよい。

【0010】さらに、上記のジヒドロキシジアルキル化合物と以下に示すような3個以上のフェノール化合物を混合使用してもよい。

【0011】3個以上のフェノールとしてはフロログルシン、4,6-ジメチル-2,4,6-トリ(4-ヒドロキシフェニル)-ヘプテン、2,4,6-ジメチル-2,4,6-トリ(4-ヒドロキシフェニル)-ヘプタン、1,3,5-トリ(4-ヒドロキシフェニル)-ベンゾール、1,1,1-トリ(4-ヒドロキシフェニル)-エタンおよび2,2-ビス-[4,4-(4,4'-ジヒドロキシジフェニル)-シクロヘキシル]-プロパンなどが挙げられる。

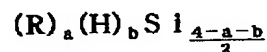
【0012】ポリカーボネート樹脂(A)の粘度平均分子量は、通常10000~100000、好ましくは15000~35000以下である。かかるポリカーボネート樹脂(A)を製造するに際し、分子量調節剤、触媒等を必要に応じて使用することができる。

【0013】本発明にて使用される酸化チタン(B)は、製造方法、結晶構造または粒子径によって限定されるものではないが、塩素法により製造された酸化チタンであって、ルチルタイプの結晶形態をとるものが好ましい。更に、アルミナおよび/またはシリカ等の無機系の表面処理剤でコーティングされているものが好適に使用される。一般的に顔料として使用される酸化チタンの粒子径は0.1~0.5μmであるが、粒子径が0.1μm未満のものを使用しても良い。

【0014】本発明に使用されるポリオルガノ水素シロキサン(C)としては、メチルヒドロジェンポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシクロシロキサン等が挙げられ、とりわけ下記一般式(2)~(4)の構成単位から選択された化合物が好ましい。

【0015】一般式(2)

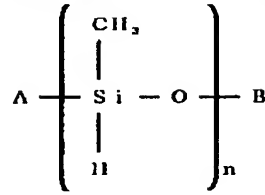
【化2】



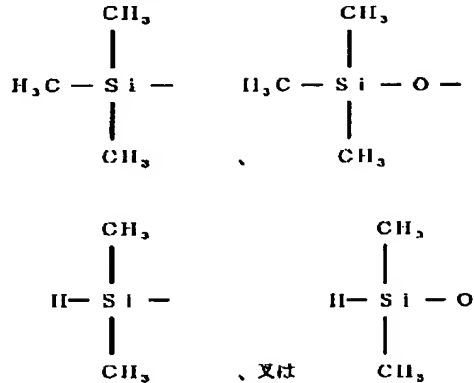
(式中、Rは脂肪族不飽和を含まない一価の炭化水素

基、aは1.00~2.10、bは0.1~1.0、
(a+b)は2.00~2.67である。)

*【0016】一般式(3)
*【化3】



(式中、AおよびBは例々に

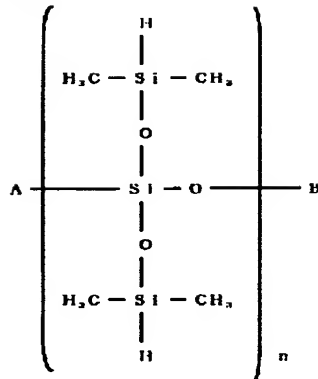


、又は

から選ばれ、nは1~500の整数である。)

【0017】一般式(4)

【化4】



(式中、A、Bおよびnは、一般式(3)に示すものと同一である。)

【0018】これら以外のポリオルガノ水素シロキサン
を使用すると、高温下での溶融混練時にポリカーボネート樹脂の分子量低下や黄色度の上昇がみられたり、成形加工時に多量のガスの発生や成形品へのシルバーストリーク等が発生することがある。

【0019】前記酸化チタン(B)とポリオルガノ水素シロキサン(C)は、そのままの状態直接ポリカーボネート樹脂(A)に配合することも可能である。また、ポリカーボネート樹脂(A)に配合する前に、酸化チタン(B)を一旦ポリオルガノ水素シロキサン(C)で表面処理し、これをポリカーボネート樹脂(A)に配合し※50

※でも良い。

【0020】前記の表面処理の方法としては、湿式、乾式いずれの方法を用いても良い。湿式法としては、ポリオルガノ水素シロキサン(C)と低沸点溶媒との混合溶液に酸化チタン(B)を添加し、これを攪拌後、脱溶媒
30 処理を行う方法等が挙げられる。その後、さらに120~200℃の温度で熱処理しても良い。乾式法としては、ポリオルガノ水素シロキサン(C)と酸化チタン(B)をスーパーミキサー、ヘンシェルミキサー、V型タンブラー等の混合装置により混合攪拌処理する方法等が挙げられる。この際に、120~200℃の温度条件で熱処理しても良い。

【0021】本発明にて使用されるエポキシ変性エラストマー(D)としては、エポキシ変性されたアクリル系ゴム等が挙げられる。とりわけ、0.1~5μmの一次粒子径を有し、かつコア部がポリアルキルアクリレート、シェル部がグリシジルメタアクリレートで部分的に変成されたポリメチルメタアクリレートであるコア/シェル構造のアクリルゴムが好適に用いられる。本発明において、エポキシ変性エラストマー(D)は、樹脂組成物の衝撃性能を向上させるにとどまらず、高温下での溶融混練、成形加工時におけるポリカーボネート樹脂(A)の黄色度の上昇を抑制して光反射性能を改善させる効果も併せもつ。

【0022】本発明にて使用される難燃剤(E)としては、例えば有機ハロゲン系難燃剤、スルホン酸金属塩化

合物、シリコン系難燃剤、リン系難燃剤等が挙げられる。とりわけ、テトラプロモビスフェノールAを主体とする重合度が2〜25のカーボネートオリゴマーである有機ハロゲン系難燃剤やレゾルシノールを使用する縮合型の燐酸エステル系難燃剤が好適に使用される。

【0023】本発明にて使用される滴下防止剤(F)としては、ポリカーボネート樹脂(A)中でフィブリル状構造を形成するものがよく、例えばポリテトラフルオロエチレン、テトラフルオロエチレン系共重合体(例えば、テトラフルオロエチレン/ヘキサフルオロプロピレン共重合体、等)、米国特許第4379910号に示される様な部分フッ素化ポリマー、フッ素化ジフェノールから製造されるポリカーボネート等が挙げられる。とりわけ、分子量1000000以上で二次粒子径100μm以上のフィブリル形成能を有するポリテトラフルオロエチレンが好適に使用される。

【0024】本発明のポリカーボネート樹脂組成物は、ポリカーボネート樹脂(A)、酸化チタン(B)、ポリオルガノ水素シロキサン(C)、エポキシ変性エラストマー(D)、難燃剤(E)および滴下防止剤(F)から構成され、組成比率は(A)100重量部あたり、(B)5〜25重量部、(C)0.01〜3重量部、(D)0.5〜10重量部、(E)1〜20重量部および(F)0.01〜2重量部である。

【0025】酸化チタン(B)の配合量が5重量部未満では、透過光量が多くなり、高い光反射性能が得られない。また、25重量部を超えるとポリカーボネート樹脂(A)の分子量低下や衝撃強度の低下がみられたり、成形品にガス焼けやシルバーストリークが発生しやすくなり好ましくない。より好ましくは、9〜16重量部の範囲である。

【0026】ポリオルガノ水素シロキサン(C)の配合量が0.01重量部未満では、酸化チタン(B)表面の活性点の不活性化が不十分となるため、高温での樹脂組成物の熔融混練時、ポリカーボネート樹脂(A)の分子量低下による黄色度の上昇が起こることから、光反射性能の低下や樹脂組成物の衝撃強度の低下を招いたり、成形品に対しシルバーストリークがみられる等不具合が発生するため、好ましくない。また、ポリオルガノ水素シロキサン(C)の配合量が3重量部を超えると、樹脂組成物の熔融混練時において熔融樹脂がスクリー上をスリップするため、未熔融物が発生し、衝撃強度の低下がみられたり、ポリカーボネート樹脂(A)の分子量低下が大きくなったり、成形時のガス発生量が多くなる等の不具合が発生するので好ましくない。より好適には、0.03〜2重量部の範囲である。

【0027】エポキシ変性エラストマー(D)の配合量が0.5重量部未満では、衝撃性能の向上がみられず、光反射性能の改善効果も不十分であり好ましくない。また、10重量部を超えると、成形品の剛性が低下した

り、難燃性についてもUL94のV-0を達成することができなくなり、光反射板の材料として好適ではない。より好適には、2〜6重量部の範囲である。

【0028】難燃剤(E)が1重量部未満では、難燃性の向上が不十分となり、光反射板に要求されているUL94のV-0を達成することが困難となり、好ましくない。また、20重量部を超えると、樹脂組成物の衝撃強度の低下が顕著となり好ましくない。より好適には、5〜15重量部の範囲である。

【0029】滴下防止剤(F)は、目標とする樹脂組成物の難燃レベルによって配合量が異なり、配合量が増加するに伴い難燃レベルは向上する。配合量が0.01重量部未満では滴下防止能が小さいため、燃焼時、ドリッピングが発生し、UL94のV-0を達成することが困難となるため好ましくない。また、2重量部を超えると難燃レベルの顕著な改善効果は認められず、逆に成形品の外観の悪化やシルバーストリークの発生がみられるようになり、樹脂組成物の衝撃性能も低下するため好ましくない。より好適には、0.1〜1重量部の範囲である。

【0030】上記の(A)〜(F)の各成分の混合方法ならびに混合順序は、特に制限はなく、混合方法においては公知の混合機、例えば、タンブラー、リボンブレンダー、高速ミキサー等で混合し、一軸または二軸押出機により熔融混練しベレット化する方法、ならびに混合順序としては上記各成分の一括同時混合または特定成分のみを混合した後、残る成分を添加混合する方法等が挙げられる。この時、酸化チタン(B)や他の成分の一部を押出機の途中のフィード口から投入添加しても良い。また、成分の一部を予め混合、熔融混練した後、残りの成分を添加しベレット化してもよい。

【0031】さらに、混合時、必要に応じて公知の添加剤、例えば、離型剤、紫外線吸収剤、染料、蛍光増白剤、有機金属塩、亜燐酸エステル系、燐酸エステル系の熱安定剤、ヒンダーフェノール系の酸化防止剤、帯電防止剤、ガラス繊維、ガラスパウダー、ガラスフレーク、ウィスカー(チタン酸カリウムウィスカー、硼酸アルミニウムウィスカー等)、カーボン繊維等の強化剤を配合しても良い。

【0032】

【実施例】以下に本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はそれら実施例に制限されるものではない。尚、「部」は重量基準に基づく。

【0033】(実施例1〜9および比較例1〜13)
・樹脂組成物ベレットの製造

ポリカーボネート樹脂、酸化チタン、ポリオルガノ水素シロキサン、エポキシ変性エラストマー、難燃剤および滴下防止剤の各配合成分を、表1〜表4に示す配合比率に基づき、タンブラーにより混合した後、熔融温度250℃、スクリー径37mmの同方向二軸押出機(神

戸製鋼社製KTX-37)にて混練し、各種ペレットを得た。

【0034】使用した各種配合成分の詳細は、以下のとおりである。

・ポリカーボネート樹脂

ビスフェノールAとホスゲンから合成された粘度平均分子量20500のポリカーボネート樹脂(住友ダウ社製カリバー200-13)

メルトフローレイト=13g/10分(300℃、1.2Kg、ASTMD-1238に準拠)

・酸化チタン

塩素法で製造されたルチル型酸化チタン(タイオキサイド社製RTC-30、粒径:0.2~0.3μm)

・ポリオルガノ水素シロキサン

信越化学工業社製KF99(粘度:20cSt、25℃)、または東レ・ダウコーニング・シリコン社製SH1107(30cSt、25℃)

・エポキシ変性エラストマー

呉羽化学工業社製バラロイドEXL2314(エポキシ変性、コア/シェル型アクリル系ゴム)

・アクリルエラストマー

比較のため、エポキシ変性されていないコア/シェル型アクリル系ゴムを用いた。(呉羽化学工業社製バラロイドEXL2313)

・難燃剤

テトラプロモビスフェノールAを主体とするカーボネートオリゴマー(グレートレークス社製BC52)

縮合型磷酸エステル

(旭電化工業社製アデカスタブFP500:1,3-フェニレンビス(ジキシルニルフォスフェート))

・滴下防止剤

ポリテトラフルオロエチレン(旭ガラス社製フルオンCD076)

(分子量:4000000、二次粒子径:475μm)

【0035】・試験方法

得られた各種ペレットを使用し、日本製鋼社製の100トン射出成形機(J100E-C5)により、熔融温度300℃で、以下に述べる各種試験片を作成し、各試験に供した。

【0036】・光反射性

長さ90mm、幅40mmの3段プレート(厚み3、2、1mm)状試験片を作成し、厚み1mmの部分につき波長400~800nmにおけるY値を分光光度計(村上色彩技術研究所製CMS-35SP)により測定した。Y値が92%以上となるものを合格とした。

【0037】・燃焼性

米国アンダーライターズ・ラボラトリーズ(UL)の定めるUL94垂直燃焼試験法に準じ、長さ127mm、幅12.7mm、厚み1.6mmの試験片を用いて燃焼試験を行った。難燃性レベルがUL94のV-0となるものを合格とした。

【0038】・耐衝撃性

ASTM D-256に準拠し、ノッチ付きアイゾット衝撃強度を室温において測定した。試験片の厚みは、3.2mmである。数値が35Kg・cm/cm以上を合格とした。

【0039】・曲げ剛性

ASTM D-792に準拠し、引っ張り・曲げ試験機(A&D社製UCT-1T)を用いて、曲げ剛性を室温にて測定した。試験片の厚みは、6.4mmである。数値が22000Kg/cm²以上を合格とした。

【0040】・試験片の外観

長さ90mm、幅40mmの3段プレート(厚み3、2、1mm)状試験片を作成し、その表面を目視により観察し、シルバーストリーク、ガス焼け等の有無を調べた。(○:無し、×:有りを表す。)

【0041】・メルト・フローレイト

得られたペレットを用いて、ASTM D-1238に準拠し、東洋精機製(セミオートメルトインデクサー)を用いて、300℃、1.2Kgでのメルト・フローレイトを測定した。(単位:g/10分)

数値が大きい程、ポリカーボネート樹脂が分解を起こしており、その分子量の低下が大きいことを表している。20g/10分以下を合格とした。

【0042】それぞれの試験項目の結果を表1~表4にまとめた。

【0043】

【表1】樹脂組成物の組成と評価結果

11

12

組成比 (部)	実施例						
	1	2	3	4	5	6	7
ポリカーボネート樹脂	100	100	100	100	100	100	100
酸化ナフ	10	22	10	10	10	10	10
ポリシリカ/水素シロキサン*1	0.05	0.05	2	0.05	0.05	0.05	—
ポリシリカ/水素シロキサン*2	—	—	—	—	—	—	0.05
エポキシ変性エラストマー	2	2	2	8	2	2	2
難燃剤*3	3	3	3	3	17	3	3
滴下防止剤	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	1.7	0.2
評価項目と結果	光反射性 (Y値)	93	95	94	94	93	93
	耐衝撃性 Kg cm/cm	50	40	50	57	45	50
	曲げ剛性 Kg/cm ²	25000	26500	25300	22000	25300	25000
	メルト・フローレイト g/10分	9.6	16	9.4	8.7	9.8	9.6
	難燃性 UL94	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0
	外観	○	○	○	○	○	○

ポリシリカ/水素シロキサン*1: 信越化学工業社製KF99 (粘度: 20 cSt、25℃)

ポリシリカ/水素シロキサン*2: 東レ・ダウコーニング・シリコン社製SH1107 (粘度: 30 cSt、25℃)

難燃剤*3: テトラブロモビスフェノールAを主体とするカーボネートオリゴマー (グレートレークス社製BC52)

【0044】表1および表4に示すとおり、それぞれの*

* 配合成分の配合量が規定値の範囲を満足するもの (実施例1~9) は、優れた光反射性、耐衝撃性、曲げ剛性、外観を示すとともに、V-0 (UL94) 等級の高い難燃性を示した。また、メルト・フローレイトの上昇、すなわちポリカーボネート樹脂の分子量低下も抑制されている。

【0045】

【表2】樹脂組成物の組成と評価結果

組成比 (部)		比較例						
		1	2	3	4	5	6	7
ポリカーボネート樹脂		100	100	100	100	100	100	100
酸化チタン		30	3	10	10	10	10	10
ポリオレフィン系樹脂*1		0.05	0.05	5	0.005	0.05	0.05	0.05
エポキシ変性エラストマー		2	2	2	2	0.3	13	—
アクリロエラストマー		—	—	—	—	—	—	2
難燃剤*3		3	3	3	3	3	3	3
滴下防止剤		0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
評価項目と結果	光反射性 (Y値)	95	83	90	87	90	93	89
	耐衝撃性 Kg cm/cm	12	52	20	50	13	55	50
	曲げ剛性 Kg/cm ²	27000	24000	25500	25000	25500	18000	25000
	引裂強度 N/10分	60	9.1	40	35	9.7	9.3	9.8
	難燃性 UL94	V-2	V-0	V-2	V-2	V-0	V-2	V-0
	外観	×	○	×	×	○	○	○

*1: ポリオレフィン系樹脂*1: 信越化学工業社製KF99 (粘度: 20 cSt、25℃)

【0046】

難燃剤*3: テトラプロモビスフェノールAを主体とする
カーボネートオリゴマー (グレートレークス社製BC5*)

【表3】樹脂組成物の組成と評価結果

組成比 (部)		比較例			
		8	9	10	11
ポリカーボネート樹脂		100	100	100	100
酸化チタン		10	10	10	10
ポリカル/水素シロキ*1		0.05	0.05	0.05	0.05
紫外線吸収剤		2	2	2	2
難燃剤*3		0.5	25	3	3
滴下防止剤		0.2	0.2	0.005	5
評価項目と結果	光反射性 (Y値)	93	93	93	93
	耐衝撃性 Kg-cm/cm	52	15	51	15
	曲げ剛性 Kg/cm ²	25000	25500	25000	25000
	熱・フーゼット g/10分	9.5	9.9	9.6	9.5
	難燃性 UL94	V-2	V-0	V-2	V-0
	外観	○	○	○	×

ポリカル/水素シロキ*1: 信越化学工業社製KF99 (粘度: 20cSt、25℃)
 難燃剤*3: テトラプロモビスフェノールAを主体とする
 カーボネートオリゴマー (グレートレークス社製BC5*)

*2)

【0047】

【表4】樹脂組成物の組成と評価結果

組成比 (部)		実 施 例		比 較 例	
		8	9	12	13
ポリカーボネート樹脂		100	100	100	100
酸化チタン		10	10	10	10
ポリメチルメタクリレート*1		0.05	0.05	0.05	0.05
エポキシ変性エラストマー		2	2	2	2
難燃剤*4		3	17	0.5	25
滴下防止剤		0.2	0.2	0.2	0.2
評価項目と結果	光反射性 (Y値)	92.9	92.9	92.8	92.8
	耐衝撃性 Kg・cm/cm	48	43	49	12
	曲げ剛性 Kg/cm ²	25500	25800	25300	25700
	メルト・フローレート g/10分	12	22	10	31
	難燃性 UL94	V-0	V-0	V-2	V-0
	外観	○	○	○	○

ポリメチルメタクリレート*1：信越化学工業社製KF99（粘度：20cSt、25℃）

難燃剤*4：縮合型磷酸エステル（旭電化工業社製アデカスタブFP500：1，3-フェニレンビス（ジシレンルフォスフェート））

【0048】表2～4に示す様に、本発明の必須成分および各配合成分の配合量の規定値範囲を満足しないもの（比較例1～13）は、それぞれ欠点を有している。具体的には、

・酸化チタン：酸化チタンの配合量が規定値を超える（比較例1）場合には、光反射性は優れるものの、メルト・フローレートの上昇、すなわちポリカーボネート樹脂の分子量低下が起こり、耐衝撃性、外観、難燃性が低下する。一方、酸化チタンの配合量が規定値より少ない（比較例2）場合には、光反射性が劣る。

【0049】・ポリオルガノ水素シロキサン：ポリオルガノ水素シロキサンの配合量が規定値を超える（比較例3）場合には、メルト・フローレートの上昇、すなわちポリカーボネート樹脂の分子量低下が起こり、耐衝撃性、外観、難燃性が低下すると共に光反射性も低下する。一方、ポリオルガノ水素シロキサンの配合量が規定値より少ない（比較例4）場合には、耐衝撃性は良好なるも、他の物性（光反射性、外観、難燃性の低下、メルト・フローレートの上昇）が低下する。

*【0050】・エポキシ変性エラストマー：エポキシ変性エラストマーの配合量が規定値を超える（比較例6）場合には、曲げ剛性および難燃性が低下する。一方、エポキシ変性エラストマーの配合量が規定値より少ない（比較例5）場合には、光反射性および耐衝撃性が低下する。エポキシ変性エラストマー（実施例1）に代えて、エポキシ変性されていないアクリルゴムを配合した場合（比較例7）は、光反射性の低下がみとめられ、実用に供するレベル迄には至っていなかった。

【0051】・難燃剤：難燃剤の配合量が規定値より少ない（比較例8、12）場合には、難燃性の低下が認められた。一方、難燃剤の配合量が規定値より多い（比較例9、13）場合には、耐衝撃性の低下が認められた。

【0052】・滴下防止剤：滴下防止剤の配合量が規定値より少ない（比較例10）場合には、難燃性の低下が認められた。一方、滴下防止剤の配合量が規定値より多い（比較例11）場合には、耐衝撃性および外観の低下が認められた。

【0053】

【発明の効果】本発明に係るポリカーボネート樹脂組成物は、光反射性および難燃性に優れ、さらには、ポリカーボネート樹脂の分子量低下が抑制されるために成形時の熱安定性、機械的強度、外観にも優れていることから、特に液晶ディスプレイ等の反射板に好適である。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	ターム(参考)
G 0 2 B 5/08		G 0 2 B 5/08	A
/(C 0 8 L 69/00			
83:05			
51:00			
27:18)			

Fターム(参考) 2H042 DA06 DA11 DB06 DC00 DE00
4J002 BD155 BN123 CG011 CG034
CP042 DE136 EJ057 FD134
FD137 GP00 GQ00